

PCT

世界知的所有権機関  
国際事務局

特許協力条約に基づいて公開された国際出願



<p>(51) 国際特許分類 C10M 173/02, 149/00, 125/26, 125/30 // C10N 40:22</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO99/35220</p> <p>(43) 国際公開日 1999年7月15日(15.07.99)</p>		
<table border="0"> <tr> <td data-bbox="155 468 831 1123" style="vertical-align: top;"> <p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/00023</p> <p>(22) 国際出願日 1999年1月7日(07.01.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/13488 1998年1月9日(09.01.98) JP 特願平10/114412 1998年4月10日(10.04.98) JP 特願平10/333373 1998年11月10日(10.11.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 日本油脂株式会社(NOF CORPORATION)[JP/JP] 〒150-6019 東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号 Tokyo, (JP) 株式会社 フジミインコーポレーテッド (FUJIMI INCORPORATED)[JP/JP] 〒452-8502 愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 Aichi, (JP)</p> <p>(72) 発明者 : および (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ) 伊藤憲治(ITO, Kenji)[JP/JP] 前道俊二(MAEMICHI, Shunji)[JP/JP] 〒470-2504 愛知県知多郡武豊町字熊野21-1 Aichi, (JP) 中西 太(NAKANISHI, Hutoshi)[JP/JP] 〒244-0815 神奈川県横浜市戸塚区下倉田町473 Kanagawa, (JP) 石戸谷昌洋(ISHIDOYA, Masahiro)[JP/JP] 〒253-0061 神奈川県茅ヶ崎市南湖5-9-502 Kanagawa, (JP)</p> </td> <td data-bbox="831 468 1516 1123" style="vertical-align: top;"> <p>田中 孝(TANAKA, Takashi)[JP/JP] 〒143-0013 東京都大田区大森南3-12-12 Tokyo, (JP) 中道敏彦(NAKAMICHI, Toshihiko)[JP/JP] 〒251-0026 神奈川県藤沢市鵠沼東2-1-912 Kanagawa, (JP) 森 和幸(MORI, Kazuyuki)[JP/JP] 林 重宏(HAYASHI, Shigehiro)[JP/JP] 横山英樹(YOKOYAMA, Hideki)[JP/JP] 〒452-8502 愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 株式会社 フジミインコーポレーテッド内 Aichi, (JP) (74) 代理人 弁理士 折口信五(ORIGUCHI, Shingo) 〒105-0003 東京都港区西新橋一丁目14番7号 西新橋杉浦ビル3階 Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CZ, EE, GD, GE, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK, SL, TR, TT, UA, US, UZ, VN, YU, ARIPO特許 (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p> </td> </tr> </table>			<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/00023</p> <p>(22) 国際出願日 1999年1月7日(07.01.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/13488 1998年1月9日(09.01.98) JP 特願平10/114412 1998年4月10日(10.04.98) JP 特願平10/333373 1998年11月10日(10.11.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 日本油脂株式会社(NOF CORPORATION)[JP/JP] 〒150-6019 東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号 Tokyo, (JP) 株式会社 フジミインコーポレーテッド (FUJIMI INCORPORATED)[JP/JP] 〒452-8502 愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 Aichi, (JP)</p> <p>(72) 発明者 : および (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ) 伊藤憲治(ITO, Kenji)[JP/JP] 前道俊二(MAEMICHI, Shunji)[JP/JP] 〒470-2504 愛知県知多郡武豊町字熊野21-1 Aichi, (JP) 中西 太(NAKANISHI, Hutoshi)[JP/JP] 〒244-0815 神奈川県横浜市戸塚区下倉田町473 Kanagawa, (JP) 石戸谷昌洋(ISHIDOYA, Masahiro)[JP/JP] 〒253-0061 神奈川県茅ヶ崎市南湖5-9-502 Kanagawa, (JP)</p>	<p>田中 孝(TANAKA, Takashi)[JP/JP] 〒143-0013 東京都大田区大森南3-12-12 Tokyo, (JP) 中道敏彦(NAKAMICHI, Toshihiko)[JP/JP] 〒251-0026 神奈川県藤沢市鵠沼東2-1-912 Kanagawa, (JP) 森 和幸(MORI, Kazuyuki)[JP/JP] 林 重宏(HAYASHI, Shigehiro)[JP/JP] 横山英樹(YOKOYAMA, Hideki)[JP/JP] 〒452-8502 愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 株式会社 フジミインコーポレーテッド内 Aichi, (JP) (74) 代理人 弁理士 折口信五(ORIGUCHI, Shingo) 〒105-0003 東京都港区西新橋一丁目14番7号 西新橋杉浦ビル3階 Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CZ, EE, GD, GE, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK, SL, TR, TT, UA, US, UZ, VN, YU, ARIPO特許 (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>
<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP99/00023</p> <p>(22) 国際出願日 1999年1月7日(07.01.99)</p> <p>(30) 優先権データ 特願平10/13488 1998年1月9日(09.01.98) JP 特願平10/114412 1998年4月10日(10.04.98) JP 特願平10/333373 1998年11月10日(10.11.98) JP</p> <p>(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 日本油脂株式会社(NOF CORPORATION)[JP/JP] 〒150-6019 東京都渋谷区恵比寿四丁目20番3号 Tokyo, (JP) 株式会社 フジミインコーポレーテッド (FUJIMI INCORPORATED)[JP/JP] 〒452-8502 愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 Aichi, (JP)</p> <p>(72) 発明者 : および (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ) 伊藤憲治(ITO, Kenji)[JP/JP] 前道俊二(MAEMICHI, Shunji)[JP/JP] 〒470-2504 愛知県知多郡武豊町字熊野21-1 Aichi, (JP) 中西 太(NAKANISHI, Hutoshi)[JP/JP] 〒244-0815 神奈川県横浜市戸塚区下倉田町473 Kanagawa, (JP) 石戸谷昌洋(ISHIDOYA, Masahiro)[JP/JP] 〒253-0061 神奈川県茅ヶ崎市南湖5-9-502 Kanagawa, (JP)</p>	<p>田中 孝(TANAKA, Takashi)[JP/JP] 〒143-0013 東京都大田区大森南3-12-12 Tokyo, (JP) 中道敏彦(NAKAMICHI, Toshihiko)[JP/JP] 〒251-0026 神奈川県藤沢市鵠沼東2-1-912 Kanagawa, (JP) 森 和幸(MORI, Kazuyuki)[JP/JP] 林 重宏(HAYASHI, Shigehiro)[JP/JP] 横山英樹(YOKOYAMA, Hideki)[JP/JP] 〒452-8502 愛知県西春日井郡西枇杷島町地領二丁目1番地の1 株式会社 フジミインコーポレーテッド内 Aichi, (JP) (74) 代理人 弁理士 折口信五(ORIGUCHI, Shingo) 〒105-0003 東京都港区西新橋一丁目14番7号 西新橋杉浦ビル3階 Tokyo, (JP)</p> <p>(81) 指定国 AL, AU, BA, BB, BG, BR, CA, CN, CZ, EE, GD, GE, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KR, LC, LK, LR, LT, LV, MG, MK, MN, MX, NO, NZ, PL, RO, SG, SI, SK, SL, TR, TT, UA, US, UZ, VN, YU, ARIPO特許 (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>			
<p>(54)Title: AQUEOUS CUTTING FLUID, AQUEOUS CUTTING AGENT, AND PROCESS FOR CUTTING HARD BRITTLE MATERIALS WITH THE SAME</p> <p>(54)発明の名称 水性切削液、水性切削剤及びそれを用いる硬脆材料の切断方法</p> <p>(57) Abstract</p> <p>An aqueous cutting fluid comprising a cationic water-soluble resin having an amino value of 20 to 200 mg KOH/g and at least one viscosity modifier selected from among inorganic and organic bentonites and aqueous silica sols, wherein the content of nonvolatiles in the viscosity modifier is 0.1 to 30 wt.% based on the nonvolatiles in the resin; an aqueous cutting agent prepared by incorporating abrasive grains into the fluid in an amount of 100 to 1000 wt.% based on the nonvolatiles of the fluid, which is excellent in the dispersion stability of abrasive grains and viscosity stability and effective particularly for wire saws; and a process for cutting hard brittle materials by the use of a cutting tool and the cutting agent, which permits high-accuracy processing of the hard brittle materials and excellent cleaning thereof.</p>				

(57)要約

アミン価が20～200mg KOH/gのカチオン性水溶性樹脂と、無機および有機ベントナイトならびに水性シリカゾルから選ばれる少なくとも1種以上の粘性調整剤とを含有し、該粘性調整剤の不揮発分の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し0.1～30重量%である水性切削液とする。この水性切削液に砥粒の含有量が該水性切削液の不揮発分に対し、100～1000重量%になるように砥粒を含有させ水性切削剤とする。この水性切削剤を用いて切断装置により硬脆材料を切断する。砥粒の分散安定性や粘度安定性に優れ、特にワイヤーソー用に有効な水性切削剤及びそれに使用できる水性切削液、並びに被削材料の加工精度や洗浄性等に優れた硬脆材料の切断・切削方法を提供する。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	ES	スペイン	LI	リヒテンシュタイン	SG	シンガポール
AL	アルバニア	FI	フィンランド	LK	スリ・ランカ	SI	スロヴェニア
AM	アルメニア	FR	フランス	LR	リベリア	SK	スロヴァキア
AT	オーストリア	GA	ガボン	LS	レソト	SL	シエラ・レオネ
AU	オーストラリア	GB	英国	LT	リトアニア	SN	セネガル
AZ	アゼルバイジャン	GD	グレナダ	LU	ルクセンブルグ	SZ	スワジランド
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GE	グルジア	LV	ラトヴィア	TD	チャード
BB	バルバドス	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BE	ベルギー	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BF	ブルキナ・ファソ	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BG	ブルガリア	GW	ギニア・ビサウ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア共和国	TR	トルコ
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	ML	マリ	TT	トリニダード・トバゴ
BR	ブラジル	HR	クロアチア	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
BY	ベラルーシ	HU	ハンガリー	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CA	カナダ	ID	インドネシア	MW	マラウイ	US	米国
CF	中央アフリカ	IE	アイルランド	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CG	コンゴ	IL	イスラエル	NE	ニジェール	VN	ヴェトナム
CH	スイス	IN	インド	NL	オランダ	YU	ユーゴスラビア
CI	コートジボワール	IS	アイスランド	NO	ノルウェー	ZA	南アフリカ共和国
CM	カメルーン	IT	イタリア	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CN	中国	JP	日本	PL	ポーランド		
CU	キューバ	KE	ケニア	PT	ポルトガル		
CY	キプロス	KG	キルギスタン	RO	ルーマニア		
CZ	チェコ	KP	北朝鮮	RU	ロシア		
DE	ドイツ	KR	韓国	SD	スーダン		
DK	デンマーク	KZ	カザフスタン	SE	スウェーデン		
EE	エストニア	LC	セントルシア				

## 明細書

## 水性切削液、水性切削剤及びそれを用いる硬脆材料の切断方法

## 技術分野

本発明は、シリコン単結晶や多結晶などのインゴット、水晶、セラミックス、ガラス等の硬脆材料からできている被削材料を精密切断・切削加工を行う際に使用できる水性切削剤及びそれに使用できる水性切削液、並びにそれを用いる硬脆材料の切断方法に関するものである。さらに詳しくは、特に砥粒の分散安定性や粘度安定性に優れ、特にワイヤーソー用に有効な水性切削剤及びそれに使用できる水性切削液、並びに被削材料の加工精度や洗浄性等に優れた硬脆材料の切断・切削方法に関するものである。

## 背景技術

従来、シリコン単結晶等の硬脆材料の切断には、切削液に炭化珪素（SiC）等の砥粒を分散させた切削剤が用いられ、これを切断装置と被削材料との接触部に供給することにより、被削材料を薄くスライスして数十～数千 $\mu\text{m}$ の薄板体を得ている。

また、例えばマルチワイヤーソーによる精密切断加工の場合には、通常次のように行われる。すなわち、マルチワイヤーソー切断装置において、高精度に切削加工された高分子材料からなる多溝滑車にワイヤーを多数回巻回し、駆動用モータによってワイヤーを往復運動させる。この往復運動するワイヤーを被削材料に適当な加工荷重を与えながら接触させ、接触部に切削剤を供給しながら切削作用によって切断加工が行われる。往復運動するワイヤーは被削材料を切削するにつれて徐々に摩耗することから、トルクモータによって巻取られ、新線のワイヤーがギヤモータによって繰り出される。

前記切削剤としては、鉱物油を基油として、これに添加剤等を加えたオイル系の切削剤、ポリエチレングリコールあるいはポリプロピレングリコールを主成分とするグリコール系の切削剤、及び界面活性剤の水溶液を主成分とする水性の切

削剤がこれまで使用されてきた。

しかし、従来のオイル系の切削剤には次のような問題があった。すなわち、鉱物油を主成分とする切削剤は潤滑性に優れ、被削材料の切断面が良好で加工精度がよい利点を有するが、冷却性に劣っている。そのため稼働中に切断部の温度が上昇してオイルミストが発生したり、切断加工終了後の被削材料の取り外し作業で作業員が火傷をしたり、あるいは、火災を起こす可能性もあるため作業能率が低下してしまうという問題があった。

また、この切削剤により被削材料、作業員及び設備が汚染された際、これを取り除くためにトリクロロエタンや塩化メチレンなどの有機溶剤系の洗浄液が必要である。ところが、この有機溶剤系の洗浄液は発ガンや大気汚染の原因となるため洗浄排液に何らかの処理を施さなければ廃棄することができないといった廃液処理の問題もあった。

また、このような従来のオイル系の切削剤の課題を解決するために上記グリコール系の切削剤や界面活性剤の水溶液を主成分とする水性の切削剤も検討されているが、切断時の粘度安定性が十分ではなく良好な切削精度が得られず、また砥粒の分散安定性に劣り、十分に満足できるものではなかった。

#### 発明の開示

本発明の目的は、砥粒の分散安定性（砥粒が沈降してハードケーキとならず、簡単な攪拌により容易に再分散する性質）、沈降後の再分散性及び切断・切削運転中の粘度安定性に優れた水性切削剤及びそれに使用できる水性切削液、並びにそれを用いて硬脆材料を切断・切削した際、被削材料の加工精度、冷却性、洗浄性等に優れた切断・切削方法を提供することにある。

本発明者らは、上記の課題を解決する切削剤を開発すべく鋭意検討を重ねた結果、特定のカチオン性水溶性樹脂水溶液に砥粒を分散させた水性切削剤により、その目的を達成しうることを見だし、この知見に基づいて本発明を完成するに至った。

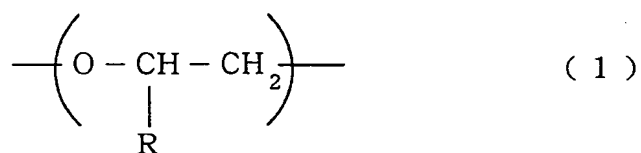
すなわち、本発明は、アミン価が  $20 \sim 200 \text{ mg KOH/g}$  のカチオン性水溶性樹脂と、無機および有機ベントナイトならびに水性シリカゾルから選ばれる

少なくとも1種以上の粘性調整剤とを含有し、該粘性調整剤の不揮発分の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し0.1～30重量%であることを特徴とする水性切削液（本発明第一態様）を提供するものである。

また、本発明は、第3級アミノ基および第4級アンモニウム塩含有基を有する全アミン価50～200のカチオン性水溶性樹脂と、無機および有機ベントナイトならびに水性シリカゾルから選ばれる少なくとも1種以上の粘性調整剤を含有し、該粘性調整剤の不揮発分の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し、0.1～30重量%であることを特徴とする水性切削液（本発明第二態様）を提供するものである。

また、本発明は、平均粒径が100nm以下である水性シリカゾルと、第3級アミノ基および第4級アンモニウム塩含有基を有する全アミン価が50～200のカチオン性水溶性樹脂とを含有し、該水性シリカゾルの不揮発分の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し0.1～30重量%であることを特徴とする水性切削液（本発明第三態様）を提供するものである。

また、本発明は、上記の本発明第三態様の水性切削液において記載のカチオン性水溶性樹脂が一般式（1）で表わされる構造単位を20～80重量%含有する水性切削液（本発明第四態様）を提供するものである。



（式中、Rは水素原子、メチル基またはエチル基である。）

また、本発明は、アミン価が20～200mg KOH/gのカチオン性水溶性樹脂と砥粒とを含有し、砥粒の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し100～1000重量%であることを特徴とする水性切削剤（本発明第五態様）を提供するものである。

また、本発明は、上記本発明第一～第四態様のいずれかの水性切削液と砥粒とを含有し、砥粒の含有量が該水性切削液の不揮発分に対し、100～1000重量%であることを特徴とする水性切削剤（本発明第六態様）を提供するものであ

る。

さらに、本発明は、上記の水性切削剤を用いて切断装置により硬脆材料を切断することを特徴とする硬脆材料の切断方法（本発明第七態様）を提供するものである。

#### 図面の簡単な説明

第1図は、切断装置のマルチワイヤーソーの機構例を示した図である。

#### 発明を実施するための好ましい形態

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明第一態様の水性切削液において使用されるカチオン性水溶性樹脂のアミン価は、 $20 \sim 200 \text{ mg KOH/g}$ 、好ましくは $25 \sim 150 \text{ mg KOH/g}$ の範囲である。カチオン性水溶性樹脂のアミン価が $20 \text{ mg KOH/g}$ 未満である場合には、水溶性が不足し、また砥粒の分散安定性が低下する。また、カチオン性水溶性樹脂のアミン価が $200$ を越える場合には、水溶液の粘度が高くなり過ぎ、また切削剤の液性が過度に塩基性となる。

また、前記カチオン性水溶性樹脂中に含まれる官能基としては第1級アミノ基、第2級アミノ基、第3級アミノ基あるいは第4級アンモニウム塩基のいずれの形態でも良く、また、酸性成分により中和された塩の形態であっても良い。

上記カチオン性水溶性樹脂としては、例えば以下の樹脂が挙げられる。

- (1) 塩基性窒素原子を含有するビニル系単量体またはその塩もしくは第4級アンモニウム塩の単独重合体もしくは共重合体。
- (2) ジカルボン酸とポリエチレンポリアミンまたはジポリオキシエチレンアルキルアミンとの重縮合物、その塩または第4級アンモニウム塩。
- (3) ジハロアルカンとポリアルキレンポリアミンの重合体。
- (4) ジエポキシドと第2級アミンの重付加物、その塩または第4級アンモニウム塩。
- (5) ジイソシアネートとジアミンとの重付加物、その塩または第4級アンモニウム塩。

また、前記カチオン性水溶性樹脂としては、上記以外に種々の手法により合成したもの、又は市販品のいずれも使用可能である。

上記(1)の樹脂の塩基性窒素原子を含有するビニル系単量体の例としては、N, N-ジメチルアミノエチルアクリレート、N, N-ジエチルアミノエチルアクリレート、ポリオキシエチレンアクリレート、ポリオキシプロピレンアクリレート等のアクリル酸誘導体、N, N-ジメチルアミノエチルメタクリレート、N, N-ジエチルアミノエチルメタクリレート、ポリオキシエチレンメタクリレート、ポリオキシプロピレンメタクリレート等のメタクリル酸誘導体、N, N-ジメチルアミノプロピルアクリルアミド、N, N-ジエチルアミノプロピルアクリルアミド等のアクリルアミド誘導体、N, N-ジメチルアミノプロピルメタクリルアミド、N, N-ジエチルアミノプロピルメタクリルアミド等のメタクリルアミド誘導体、N, N-ジメチルアミノメチルエチレン、N, N-ジエチルアミノメチルエチレン、N, N-ジメチルアミノメチルプロペン、N, N-ジエチルアミノメチルプロペン等のオレフィン誘導体、N, N-ジメチルアミノエチルビニルエーテル、N, N-ジメチルアミノプロピルビニルエーテル等のアミノアルキルビニルエーテル誘導体、2-ビニルピリジン、4-ビニルピペリジン等のビニルピリジン誘導体、1-ビニルイミダゾール、1-ビニル-2-メチルイミダゾール等のビニルイミダゾール誘導体、2-ビニルキノリン等のビニルキノリン誘導体、N-メチル-3-ビニルキノリン等のビニルピペリジン誘導体、N, N-ジメチルアミノエチルスチレン等のN, N-ジアルキルアミノアルキル基が核置換されたスチレンまたは $\alpha$ -メチルスチレン誘導体等が挙げられる。

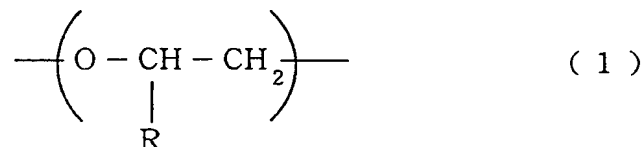
また、上記(2)の樹脂の例としては、脂肪族ジカルボン酸とポリエチレンポリアミンとの重縮合物あるいは脂肪族ジカルボン酸とジポリオキシエチレンアルキルアミンとの重縮合物等が挙げられる。

上記(3)の樹脂の例としては、1, 2-ジクロロエタン、1, 2-ジブロムエタン、1, 3-ジクロロプロパン等のジハロアルカンと、分子内に2個もしくはそれ以上の3級アミノ基を有するポリアルキレンポリアミンとの第4級アンモニウム塩である重縮合物であり、その平均分子量が1000から10000000のものが挙げられる。

上記（４）のカチオン性水溶性樹脂の一例は、下記の方法で合成することができる。

先ず、ジエポキシド化合物と第２級アミン化合物との付加反応において、エポキシドをアミノ基に対して過剰に用いることにより、末端エポキシドの前駆体ポリマーを得、次いで、末端エポキシドを第３級アミンとモノカルボン酸とにより、第４級アンモニウム塩化することにより、目的とするカチオン性水溶性樹脂を得ることができる。

上記カチオン性水溶性樹脂は、その樹脂中に一般式（１）で表わされる構造単位を２０～８０重量％含有することがより望ましい。



（式中、Rは水素原子、メチル基またはエチル基である。）

さらに、この構造単位の繰り返し数は、１～２０の範囲が好ましい。

この構造単位は、樹脂の水溶性を高めると共に、保水性をも高める効果を併せ持つ。

上記合成法において使用されるジエポキシド化合物としては、例えば、ビスフェノールＡ型エポキシ樹脂、ビスフェノールＦ型エポキシ樹脂などが挙げられ、市販品としては、エピコート＃８２８、エピコート＃８３４、エピコート＃１００１（いずれも商品名、油化シェル（株）製）などが挙げられる。

また、一般式（１）で表わされる構造単位を有するジエポキシド化合物としては、例えば、ジオール、ジフェノールのエチレンオキシド、プロピレンオキシドあるいはブチレンオキシド付加体とエピクロルヒドリンより合成されるポリアルキレングリコールジグリシジルエーテル化合物などが挙げられ、市販品としては、エポトートＰＧ－２０７（商品名、東都化成（株）製）などが挙げられる。

上記ジエポキシド化合物との付加反応に使用される第２級アミン化合物としては、例えば、モノメチルミン、モノエチルアミン、モノエタノールアミン、２－



アミノプロパノール、ジグリコールアミンなどが挙げられる。

また、ジエポキシドと第2級アミンとの付加反応により得られた前駆体ポリマーの末端エポキシ基を第4級アンモニウム塩化するのに使用される第3級アミンとしては、例えば、トリエチルアミン、ジメチルエタノールアミン、モノメチルジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどが挙げられる。また、このとき使用されるモノカルボン酸としては、例えば、ギ酸、酢酸、乳酸などが挙げられる。

上記カチオン性水溶性樹脂中の第3級アミノ基は、必要に応じて上記有機酸により中和して使用することもできる。

上記(5)のジイソシアネートの具体例としては、p-フェニレンジイソシアネート、ビフェニルジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、3, 3'-ジメチル-4, 4'-ビフェニレンジイソシアネート、1, 4-テトラメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、2, 2, 4-トリメチルヘキサン-1, 6-ジイソシアネート、メチレンビス(フェニルイソシアネート)、リジンメチルエステルジイソシアネート、ビス(イソシアネートエチル)フマレート、イソホロンジイソシアネート、メチルシクロヘキシルジイソシアネート、2-イソシアネートエチル-2, 6-ジイソシアネートヘキサノエート及びこれらのビウレット体やイソシアヌレート体さらにはこれらのイソシアネート類とポリオール類とのアダクト化合物等のイソシアネート基含有化合物が挙げられる。また、これらのイソシアネート基含有化合物の各種ブロック化剤によるブロック体であるブロック化イソシアネート基含有化合物も挙げられる。

(5)のジアミン類としては、エチレンジアミン、プロピレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン等の $\text{NH}_2(\text{CH}_2)_n\text{NH}_2$  (ただし、 $n \geq 2$ ) で表されるジアミン類、m-キシレンジアミン、m-トルイレンジアミン、p-フェニレンジアミン、ジアミノジフェニルメタン等の芳香族ジアミン類、その他シクロ環、複素環化合物、各種のオリゴマー等におけるジアミン類が挙げられ、ジアミンであれば特に他の部分の構造に制限されるものではない。

本発明第一態様に使用するカチオン性水溶性樹脂の市販品としては、例えばデ

ィスパービック184（商品名、ビックケミー・ジャパン（株）製、英文商品名：Disperbyk-184、不揮発分52重量%、不揮発分アミン価27mg KOH/g）やEFKAポリマー450（商品名、エフカケミカルズ（株）製、英文商品名：EFKAPolymer450、不揮発分50重量%、不揮発分アミン価45mg KOH/g）が挙げられる。

なお、上記（1）～（5）の樹脂における塩としては、無機酸、有機酸等の種々の酸の塩が挙げられる。

本発明第一態様に使用するカチオン性水溶性樹脂は、水を加え攪拌混合することで希釈され、水溶液の形態で使用されるが、その際に水として通常使用されるものはすべて使用可能であり、例えば水道水、工業用水、純水等が挙げられる。

本発明第二態様及び本発明第三態様において使用される第3級アミノ基および第4級アンモニウム塩含有基を有する全アミン価50～200のカチオン性水溶性樹脂は、前記（4）のカチオン性水溶性樹脂の一例として説明されたものと同様なものが挙げられる。

本発明において、前記カチオン性水溶性樹脂の水溶液中に占める該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分の濃度は、最終品である切削剤の粘度や砥粒成分の沈降安定性を考慮して決められるが、前記カチオン性水溶性樹脂と水の合計量に対して、通常5～70重量%、好ましくは10～60重量%であり、特に好ましくは20～40重量%である。

本発明第一態様及び本発明第二態様において使用される粘性調整剤は、無機および有機ベントナイトならびに水性シリカゾルから選ばれる少なくとも1種以上である。無機ベントナイトは、ナトリウムベントナイトやカルシウムベントナイトなどが挙げられ、有機ベントナイトは、カチオン性有機処理剤で表面処理したベントナイト、例えばベントン34、ベントンSD-2（いずれもRHEOX社製）が挙げられる。ベントナイトとしては、無機ベントナイトが好ましい。

該水性シリカゾルの平均粒径は100nm以下が好ましく、より好ましくは10～50nmである。水性シリカゾルの平均粒径が100nmを超えると、チクソトロピー付与効果が小さく、好ましくない。

水性シリカゾルは、一般的には、四ハロゲン化ケイ素を水中で分解する、ある

いは、ケイ酸ナトリウムを酸により加水分解することにより得ることができる。  
また、市販品としては、例えば、スノーテックス-C、スノーテックス-N、スノーテックス-O（いずれも商品名、日産化学工業（株）製）などが挙げられる。

本発明第一態様及び本発明第二態様において、粘性調整剤の不揮発分の含有量は、カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し0.1～30重量%であり、好ましくは0.2～20重量%である。粘性調整剤の不揮発分の含有量が0.1重量%未満であると、チクソトロピー付与効果が小さく、また、30重量%を超えると過度にチクソトロピー性となり、ポンピング性も損なわれ、好ましくない。

本発明第三態様に使用される平均粒径が100nm以下である水性シリカゾルは、本発明第一態様及び本発明第二態様において使用される粘性調整剤において記載した水性シリカゾルと同様なものが挙げられる。

本発明第三態様の水性切削液においては、該水性シリカゾルの不揮発分の含有量は、該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し0.1～30重量%であり、0.2～20重量%であることが好ましい。該水性シリカゾルの不揮発分の含有量が1重量%未満であると、チクソトロピー付与効果が小さく、また、30重量%を超えると、過度にチクソトロピー性となり、ポンピング性が損なわれ、好ましくない。

上記水性切削液は、上記2成分と水を混合攪拌することにより得ることができる。希釈する水としては、脱イオン水を用いるのが好ましい。

上記水性切削液中の水含有量は、特に制限ないが、通常30～80重量%であればよい。

また、上記水性切削液は、必要に応じて、前記の種々の添加剤を含有させることができる。

本発明第五態様の水性切削剤は、アミン価が20～200mg KOH/gの範囲にあるカチオン性水溶性樹脂と、カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し特定の含有量の砥粒が含有されている。

アミン価が20～200mg KOH/gの範囲にあるカチオン性水溶性樹脂は、前記のものと同様のものが挙げられる。

本発明の水性切削剤に使用される砥粒は特に制限はなく、種々の砥粒が使用できる。例えば、炭化珪素 ( $\text{SiC}$ )、酸化アルミニウム ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、二酸化珪素 ( $\text{SiO}_2$ )、二酸化セシウム ( $\text{CeO}_2$ )、窒素化硼素 ( $\text{BN}$ )、ダイヤモンド等が挙げられる。砥粒の平均粒径は通常  $40\text{ }\mu\text{m}$  以下であり、好ましくは  $1\sim 30\text{ }\mu\text{m}$  であり、特に好ましくは  $10\sim 25\text{ }\mu\text{m}$  である。砥粒の平均粒径が  $40\text{ }\mu\text{m}$  を越える場合には、砥粒の沈降速度が速くなる傾向がある。

上記砥粒の含有量は、該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対して、 $100\sim 1000$  重量%、好ましくは  $200\sim 800$  重量%の範囲であり、特に好ましくは  $300\sim 700$  重量%である。

上記砥粒の含有量が  $100$  重量%未満では、切削剤中の砥粒量が少な過ぎ、切削に長時間を要し、また、その含有量が  $1000$  重量%を越えると、砥粒の沈降安定性が損なわれる。

本発明第六態様の水性切削剤は、上記の本発明第一～第四態様のいずれかの切削液に、砥粒が含有されている。

砥粒は、前記と同様のものが挙げられる。また、砥粒の含有量は、本発明第五態様の砥粒の含有量と同様である。

また、本発明の水性切削剤には、必要に応じて、アルコール類、エーテル類、エステル類等の有機溶剤、ポリアルキレングリコールなどの高分子分散剤や湿潤剤、鉱油系あるいはシリコン系の消泡剤、ベンゾトリアゾールなどの防錆補助剤等の種々の添加剤を含有させることが出来る。

本発明の硬脆材料の切断方法における被削材料としては、特に制限はなく、全ての硬脆材料が対象となるが、好ましい硬脆材料としてはシリコン単結晶や多結晶のインゴット、水晶、セラミックス、化合物半導体、ガラス等の硬脆材料が挙げられる。特に好ましいのはインゴットである。

また、本発明の硬脆材料の切断方法において使用される切断装置としては、通常の切断装置の全てが使用可能であるが、好ましい切断装置としては例えば、ワイヤーソーやバンドソー、これらを多重化したマルチワイヤーソーやマルチバンドソー、そして外周刃や内周刃等の切断装置等も挙げられる。

本発明の硬脆材料の切断方法において、切断とは切断及び切削を含む。

次に、本発明の硬脆材料の切断方法の具体例について説明する。

被削材料としての硬脆材料である単結晶シリコンのインゴットを用い、切断装置としてマルチワイヤーソーを用いた場合を例にとって切断する方法を説明する。

マルチワイヤーソーの機構例を図1に示す。テーブル上に固定されたインゴットをテーブルを押し上げ方向に押し上げることによってワイヤに接触させる。ワイヤー線径は特に制限はないが通常0.05～0.25mmである。

ワイヤーは多溝ドラムに多数回巻回し、ワイヤーに一定の張力を掛け、駆動用モータによって往復運動させる。ワイヤーは一定の長さ分だけ往復運動させた後、一定長さで巻取られることで、新線が順次繰り出され、切削で摩耗したワイヤー部は巻き取られる。

ワイヤーは多溝ドラムに支持され、インゴットに適当な加工荷重を与えながら接触させ、ワイヤーとインゴットの間に砥粒を分散させた切削剤を供給することでインゴットが削られ、切断される。

## 実施例

以下に、本発明を具体化した実施例について説明する。なお、本発明においては、以下の具体的実施例に示すものに限らず、本発明の範囲内で変更した実施例とすることができる。

また、ワイヤーソー用切削剤の評価は以下の方法により行った。

洗浄性試験：本試験は水による洗浄性を評価したものである。

(イ) 300mlビーカーに実施例で調合した切削剤を300mlとり、温度を $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に調整する。

(ロ) 単結晶シリコンウエハ角板を切削剤中に1分間浸す。

(ハ) 単結晶シリコンウエハ角板を静かに引き上げ、24時間、室温に放置する。

(ニ) 24時間経過後、単結晶シリコンウエハ角板に付着した切削剤の重量を測定し洗浄前重量とする。

(ホ) 300mlの $30^{\circ}\text{C}$ の温水に浸漬し、超音波洗浄機にて揺すりながら、

15秒間洗浄する。

(ヘ) 試験片を乾燥後、単結晶シリコンウエハ角板に付着した切削剤の重量を測定し洗浄後重量とする。

(ト)  $(\text{洗浄前重量} - \text{洗浄後重量}) / \text{洗浄前重量} \times 100$  より洗浄率を求める。  
それぞれの評価は下記に示す基準に従って行った。

◎ : 95%以上

○ : 80%以上～95%未満

△ : 60%以上～80%未満

× : 60%未満

静置安定性試験：本試験は砥粒の分散安定性を評価したものである。

(イ) 実施例で調合した切削剤の温度を  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に調整する。

(ロ) スラリーを100mlのメスシリンダーに正確にとり、室温に放置する。

(ハ) 全て沈降したときの時間を読みとる。

それぞれの評価は下記に示す基準に従って行った。

◎ : 8hr以上～24hr未満

○ : 6hr以上～8hr未満

△ : 4hr以上～6hr未満

× : 4hr未満

ウエハ加工精度試験：本試験は実際にワイヤソー装置により切断加工を行い、切断されたウエハの加工精度を評価したものである。

(イ) ワイヤソー装置 ; HCT社製マルチワイヤーソーE250E (ワイヤー線径 :  $180\mu\text{m}$ )

(ロ) テーブルスピード ;  $380\mu\text{m}/\text{min}$

(ハ) 目標ウエハ厚さ ;  $820\mu\text{m}$

(ニ) インゴット径 ; 8インチ

(ホ) インゴット長さ ; 60～130mm

(ヘ) 評価項目 ; 日本ADE社(製) 9500機を用いて、そり

(WARP) を測定した。測定はウエハ1枚につき5点、10枚で行い、平均したものを測定結果とした。

それぞれ、ソリ (WARP) の評価は下記に示す基準に従って行った。

◎ : 0  $\mu$ m以上～10  $\mu$ m未満

○ : 10  $\mu$ m以上～20  $\mu$ m未満

△ : 20  $\mu$ m以上～30  $\mu$ m未満

× : 30  $\mu$ m以上

再分散性試験：本試験は砥粒の再分散性を評価したものである。

(イ) 実施例で調合した切削剤の温度を  $25 \pm 1^\circ\text{C}$  に調整する。

(ロ) スラリーを 300 ml のトルビーカーに取り、室温に調整する。

(ハ) 全て沈降した後、液の上部を攪拌羽根にてゆるく攪拌し、底部の堆積物がなくなるまでの時間を読み取る。

それぞれの評価は下記に示す基準に従って行った。

◎ : 5分未満

○ : 5分以上～10分未満

△ : 10分以上～15分未満

× : 15分以上

粘度安定性試験 (1) : 本試験は剪断力による粘度安定性を評価したものである。

(イ) 実施例で調整した切削剤の温度を  $25 \pm 1^\circ\text{C}$  に調整する。

(ロ) スラリーを 300 ml のトルビーカーに取り、室温に調整する。

(ハ) ホモミキサーを用いて1万回転にて2時間攪拌し、 $25^\circ\text{C}$  に調合し攪拌前後の粘度変化を求め、剪断力による影響を見る。

(ニ) ホモミキサー：特殊機化工業 (株) 製、MARK II 2.5型

それぞれの評価は下記に示す基準に従って行った。数値は粘度変化率を示す。

◎ : 10%未満

○ : 10%以上～20%未満

△ : 20%以上～30%未満

× : 30%以上

冷却性試験：本試験は切削時の冷却性を評価するために前記のウエハ加工精度試験における切削中の切削部位におけるウエハの温度を放射温度計により測定した

ものである。

それぞれの評価は下記に示す基準に従って行った。

◎：35℃未満

○：35℃以上～40℃未満

△：40℃以上

粘度安定性試験（２）：本試験は、切削加工時の粘度安定性を評価するために、前記のウェハ加工精度試験における切削前後のスラリー粘度を測定したものである。

（イ）切削前、切削後のスラリー粘度をそれぞれ測定する。

（ロ）粘度変化量を求め、切削加工時の水分変化や高剪断力による影響を見る。

それぞれの評価は、下記に示す基準に従って行なった。数値は粘度変化量を示す。

◎：±100 c p 未満

△：±100 c p 以上～±300 c p 未満

×：±300 c p 以上

切削性試験：本試験は、切削加工時の剪断性を評価するために、前記のウェハ加工精度試験における切削中の装置動力の負荷率を測定したものである。

それぞれの評価は、下記に示す基準に従って行なった。数値は動力負荷率を示す。

◎：25%未満

○：25%以上～30%未満

△：30%以上

#### 実施例 1～6

実施例 1～6 は表 1 に示す組成割合（重量単位）になるように切削液としてディスパービック 184（前出）及び水の混合物、又はこれらとベントナイトの混合物を使用し、砥粒は炭化珪素（（株）フジミインコーポレーテッド製、商品名：GC#600、平均粒径：20～25 μm）を使用して、両者を攪拌混合して水性切削剤を得た。これを用いて単結晶シリコンのインゴットを被削材料として用い、各評価項目で試験を行った。その結果を表 2 に示した。





表 2

評価項目	実施例						比較例		
	1	2	3	4	5	6	1	2	3
洗浄性	◎	◎	○	○	○	○	×	○	○
静置安定性	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	△	△
ウェハ加工精度	○	◎	○	○	○	◎	◎	△	△
再分散性	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	△	△
粘度安定性 (1)	○	◎	◎	◎	◎	◎	◎	○	○
冷却性	◎	◎	○	○	△	○	×	△	○
粘度安定性 (2)	◎	◎	◎	△	△	◎	◎	◎	×
切削性	◎	◎	○	○	○	○	△	△	○

表 2 より、本発明の水性切削剤によれば、従来の非水性ないし水性の切削剤に比べ、洗浄性を向上させることができた。また砥粒の分散安定性も高く、砥粒の沈降も遅いため切削運転中の粘度安定性も高い。そのため、加工精度を示すソリの値（WARP 値）においても  $20\text{ }\mu\text{m}$  以下に抑えることができた。

#### 製造例 1

（カチオン性水溶性樹脂 A-1 の合成）

温度計、攪拌機、還流冷却器、窒素ガス吹込口を取り付けた反応容器に、窒素ガス吹込下で、エピコート # 828（商品名、油化シェル（株）製）63.6、7 重量部、ジグリコールアミン 14.2、9 重量部を仕込み、 $120^{\circ}\text{C}$  まで 1.5 時間かけて昇温し、同温度でさらに 1 時間反応させた。次いで、反応温度を  $80^{\circ}\text{C}$  に下げ、このものにジメチルエタノールアミン 72.9 重量部、乳酸の 50 重量 % 水溶液 147.5 重量部を予め混合した溶液を加え、同温度で 2 時間反応させ、樹脂固形分当たりの第 3 級アミン価 82.5、第 4 級アンモニウム塩価 49.7、全アミン価 132 のカチオン性水溶性樹脂溶液 A-1 を得た。同カチオン性水溶性樹脂溶液の有効成分は 92.6 重量 % であった。

同カチオン性水溶性樹脂 A-1 中における一般式（1）で表わされる構造単位の含有量は、11 重量 % であった。

#### 製造例 2

(カチオン性水溶性樹脂 A-2 の合成)

製造例 1 と同様な反応容器に、窒素ガス吹込下で、エポトート PG-207 (商品名、東都化成 (株) 製) 757.3 重量部、ジグリコールアミン 97.5 重量部を仕込み、120℃まで 1.5 時間かけて昇温し、同温度でさらに 1 時間反応させた。次いで、反応温度を 80℃に下げ、このものにジメチルエタノールアミン 48.1 重量部、乳酸の 50 重量%水溶液 97.1 重量部を予め混合した溶液を加え、同温度で 2 時間反応させ、樹脂固形分当たりの第 3 級アミン価 54.8、第 4 級アンモニウム塩価 31.9、全アミン価 86.7 のカチオン性水溶性樹脂溶液 A-2 を得た。同カチオン性水溶性樹脂溶液の有効成分は 95.2 重量%であった。

同カチオン性水溶性樹脂 A-2 中における一般式 (1) で表わされる構造単位の含有量は、57 重量%であった。

#### 実施例 7

製造例 1 で合成したカチオン性水溶性樹脂溶液 A-1 の 24.83 重量部に、脱イオン水 62.57 重量部およびスノーテックス-O (商品名、日産化学工業 (株) 製) 12.3 重量部を攪拌下に徐々に加え、次いで、消泡剤 (SN-ディフォーマー 325、商品名、サンノブコ社製) 0.3 重量部を添加し、1 時間攪拌を続け水性切削液を得た。

同水性切削液における水性シリカゾルの不揮発分とカチオン性水溶性樹脂の固形分の重量比は、15 : 85 であった。

#### 実施例 8 ~ 10

製造例 2 で合成したカチオン性水溶性樹脂溶液 A-2 を用い、表 3 に記載された配合で実施例 7 の手順に従い、実施例 8 ~ 10 の水性切削液を得た。

表 3

実施例	7	8	9	10
配合割合（重量部）				
カチオン性水溶性樹脂溶液 A-1	24.83	—	—	—
カチオン性水溶性樹脂溶液 A-2	—	27.31	26.26	23.63
脱イオン水	62.57	63.64	57.59	53.34
スノーテックス-O <sup>*1)</sup>	12.30	8.75	15.85	22.73
消泡剤 <sup>*2)</sup>	0.30	0.30	0.30	0.30
合計	100.00	100.00	100.00	100.00
水性シリカゾル不揮発分／カチオン性水溶性樹脂の重量比	15／85	10／90	17／83	25／75

\* 1) : 商品名、日産化学（株）製、不揮発分 33 重量%の水性シリカゾル、平均粒径：20 nm

\* 2) : SN-ディフォーマー 325、商品名、サンノブコ社製

#### 実施例 11

実施例 8 で得られた水性切削液 100 重量部に砥粒（SiC 砥粒 GC # 600、平均砥粒径 20～25  $\mu$ m）を 100 重量部混合、分散して切削スラリー 11 を調製した。これを用いて単結晶シリコンのインゴットを被削材料として用い、各評価項目で試験を行った。その結果を表 4 に示した。

#### 実施例 12～14

実施例 7、9、10 で得られた水性切削液に、実施例 11 と同様にして砥粒を混合して、水性切削剤 12～14 を調製した。これらを用いて単結晶シリコンのインゴットを被削材料として用い、各評価項目で試験を行った。その結果を表 4 に示した。

表 4

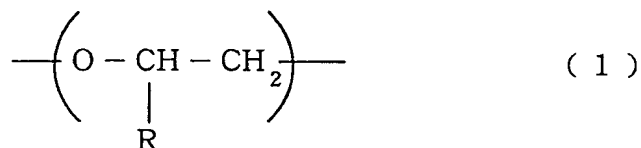
評価項目	実施例			
	11	12	13	14
洗浄性	○	◎	○	○
静置安定性	◎	○	◎	◎
ウェハ加工精度	◎	○	◎	○
再分散性	◎	○	○	◎
粘度安定性 (1)	◎	◎	○	○
冷却性	○	◎	○	○
粘度安定性 (2)	◎	○	○	△
切削性	○	○	○	○

#### 発明の効果及び産業上の利用可能性

本発明の水性切削剤は、砥粒の沈降が抑えられ、砥粒の分散性に優れ、水性切削剤中に砥粒を安定に保持させることができる。また、砥粒が沈降しても強く凝集凝固せず、沈殿後の砥粒の再分散性も容易である。このように、本発明の切削剤は、切断・切削運転中の粘度安定性が高く、砥粒濃度が安定し、切断装置の切断具、例えばワイヤーへの付着も均一になるため、切断・切削加工面のうねりが小さく、硬脆材料を優れた加工精度で切断・切削できる。また、本発明の水性切削液は、本発明の水性切削剤に使用できる。また、本発明の特定の切削剤を使用して被削材料を切断・切削した場合には、使用後被削材料、作業員および設備の汚れを洗浄する際に有機溶剤を使用しなくても水洗により簡単に切削剤を除去することができる。さらに、本発明の切削剤を廃棄する際に5000～10000倍以上に希釈し、砥粒を取り除いた洗浄排水は毒性が低いためにそのまま廃棄することもできる。そして、分離した砥粒に付着している切削液を水洗することにより、簡単に除去可能であるため分離した砥粒の再利用も可能である。

## 請求の範囲

1. アミン価が20～200mg KOH/gのカチオン性水溶性樹脂と、無機および有機ベントナイトならびに水性シリカゾルから選ばれる少なくとも1種以上の粘性調整剤とを含有し、該粘性調整剤の不揮発分の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し0.1～30重量%であることを特徴とする水性切削液。
2. 第3級アミノ基および第4級アンモニウム塩含有基を有する全アミン価50～200のカチオン性水溶性樹脂と、無機および有機ベントナイトならびに水性シリカゾルから選ばれる少なくとも1種以上の粘性調整剤を含有し、該粘性調整剤の不揮発分の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し、0.1～30重量%であることを特徴とする水性切削液。
3. 平均粒径が100nm以下である水性シリカゾルと、第3級アミノ基および第4級アンモニウム塩含有基を有する全アミン価が50～200のカチオン性水溶性樹脂とを含有し、該水性シリカゾルの不揮発分の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し0.1～30重量%であることを特徴とする水性切削液。
4. 第3項に記載のカチオン性水溶性樹脂が一般式(1)で表わされる構造単位を20～80重量%含有する第3項記載の水性切削液。

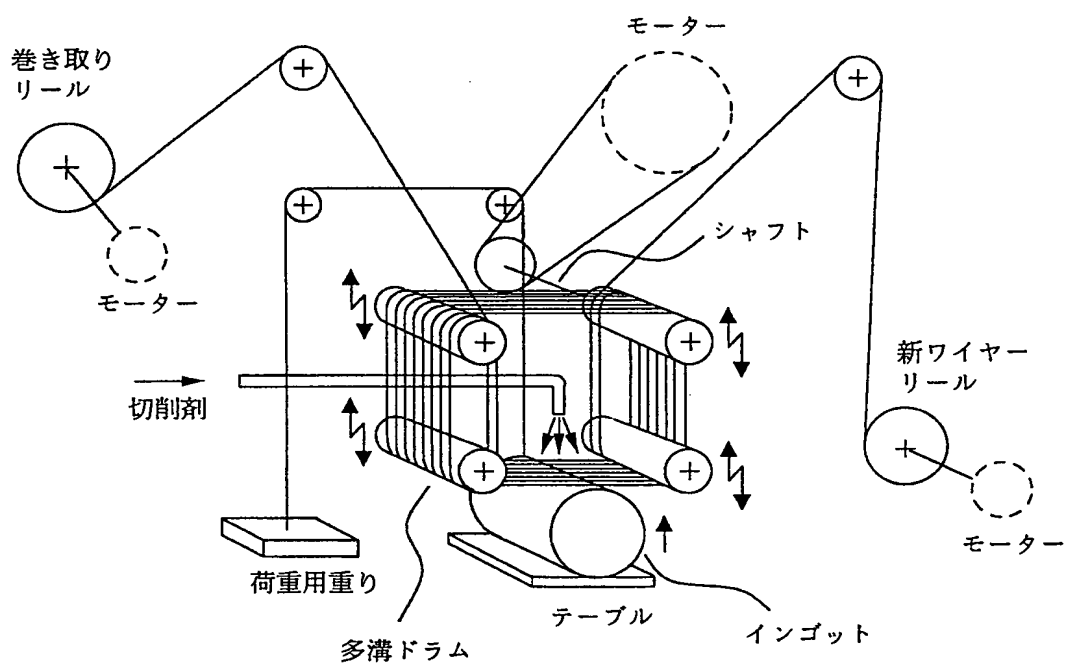


(式中、Rは水素原子、メチル基またはエチル基である。)

5. アミン価が20～200mg KOH/gのカチオン性水溶性樹脂と砥粒とを含有し、砥粒の含有量が該カチオン性水溶性樹脂の不揮発分に対し100～1000重量%であることを特徴とする水性切削剤。
6. 第1～4項記載の水性切削液と砥粒とを含有し、砥粒の含有量が該水性切削液の不揮発分に対し、100～1000重量%であることを特徴とする水性

切削剤。

7. 第5項または第6項に記載の水性切削剤を用いて切断装置により硬脆材料を切断することを特徴とする硬脆材料の切断方法。





# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/JP99/00023

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>6</sup> C10M173/02, C10M149/00, C10M125/26, C10M125/30 // C10N40:22

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>6</sup> C10M173/02, C10M149/00, C10M125/26, C10M125/30 // C10N40:22

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP, 59-89395, A (Kao Soap Co., Ltd.), 23 May, 1984 (23. 05. 84) (Family: none)	1-7
A	JP, 4-277598, A (NEOS Co., Ltd.), 2 October, 1992 (02. 10. 92) (Family: none)	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search  
2 March, 1999 (02. 03. 99)

Date of mailing of the international search report  
9 March, 1999 (09. 03. 99)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## 国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP99/00023

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>8</sup> C10M173/02, C10M149/00, C10M125/26,  
C10M125/30 // C10N40:22

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.<sup>8</sup> C10M173/02, C10M149/00, C10M125/26,  
C10M125/30 // C10N40:22

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP, 59-89395, A (花王石鹼株式会社) 23. 5月. 1984 (23. 05. 84) (ファミリーなし)	1-7
A	JP, 4-277598, A (株式会社ネオス) 2. 10月. 1 992 (02. 10. 92) (ファミリーなし)	1-7

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&amp;」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

02. 03. 99

国際調査報告の発送日

09.03.99

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

伊藤 幸司

4H

9450

電話番号 03-3581-1101 内線 3443